

DERWENT-ACC-NO: 2006-062237

DERWENT-WEEK: 200607

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Manufacture of single crystal indium nitride nanotube for electronic device, involves pressurizing mixture of indium oxide powder and carbon nanotube and heating for preset time while pouring nitrogen gas

INVENTOR: BANDO, Y; GOLBERG, D ; RONWAY, W

PATENT-ASSIGNEE: DOKURITSU GYOSEI HOJIN BUSSHITSU  
ZAIROYO[DOKUN]

PRIORITY-DATA: 2004JP-0183175 (June 22, 2004)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 2006008417 A	January 12, 2006	N/A	004	C30B 029/00

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2006008417A	N/A	2004JP-0183175	June 22, 2004

INT-CL (IPC): C01B021/00, C01B021/06 , C30B029/00 , C30B029/10 , C30B029/38 , C30B029/62 , C30B029/66

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2006008417A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - The mixture of indium oxide powder and carbon nanotube is pressurized in a reactor and temperature is raised to 1100 plus or minus 50 deg. C while flowing argon gas. The mixture is heated at that temperature for 1.5-2 hours while pouring nitrogen gas to form single crystal indium nitride nanotube.

USE - For manufacturing single crystal indium nitride nanotube used for

electronic device and optoelectronic device.

ADVANTAGE - Manufacture of single crystal indium nitride nanotube is enabled.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/4

TITLE-TERMS: MANUFACTURE SINGLE CRYSTAL INDIUM NITRIDE  
ELECTRONIC DEVICE

PRESSURISED MIXTURE INDIUM OXIDE POWDER CARBON HEAT  
PRESET TIME  
POUR NITROGEN GAS

DERWENT-CLASS: E32 L03 U12

CPI-CODES: E35-F; L04-A02A1B; L04-B01A;

EPI-CODES: U12-B03F2A; U12-E01A1;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 \*01\*

Fragmentation Code

A349 A940 C107 C520 C730 C801 C802 C803 C804 C806

C807 M411 M720 M904 M905 N480 N515 Q010 Q454

Specific Compounds

04567P 04567K

Chemical Indexing M3 \*02\*

Fragmentation Code

G000 G830 M280 M320 M415 M417 M510 M520 M530 M541

M730 M905

Ring Index

90002

Specific Compounds

A03UZS A03UZK

Chemical Indexing M3 \*03\*

Fragmentation Code

A349 A940 C108 C550 C730 C801 C802 C803 C804 C805

C807 M411 M730 M904 M905 M910

Specific Compounds

01515S 01515K

Registry Numbers

1515S

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1515S

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2006-023181

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2006-053917

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-8417

(P2006-8417A)

(43) 公開日 平成18年1月12日(2006.1.12)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C30B 29/66 (2006.01)	C30B 29/66	4G077
C01B 21/06 (2006.01)	C01B 21/06	A
C30B 29/38 (2006.01)	C30B 29/38	Z
C30B 29/62 (2006.01)	C30B 29/62	Q

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願2004-183175 (P2004-183175)	(71) 出願人	301023238
(22) 出願日	平成16年6月22日 (2004.6.22)		独立行政法人物質・材料研究機構 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
		(72) 発明者	板東 義雄 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内
		(72) 発明者	ウィン・ロンウェイ 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内
		(72) 発明者	デミトリー・ゴルバーグ 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内
		Fターム(参考)	4G077 AA04 BE11 CA01 CA03 CA08 HA01 HA02 HA05 JA05 JB02 JB07

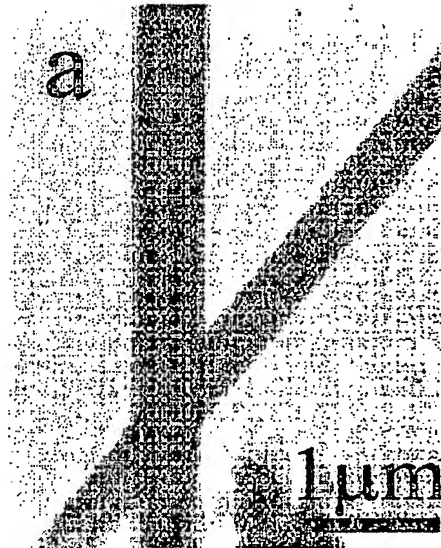
(54) 【発明の名称】 単結晶窒化インジウムナノチューブの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 マイクロエレクトロニクス、オプトエレクトロニクス分野に応用が期待されている単結晶の窒化インジウムナノチューブの製造方法を提供する。

【解決手段】 酸化インジウム粉末とカーボンナノチューブの混合物を横型石英管状炉などの反応炉中で、減圧にした後、窒素ガスを流しながら、1100±50℃に1.5～2時間加熱することにより、ウルツ鉱型六方晶系の単結晶の窒化インジウムナノチューブを製造する。このとき、酸化インジウム粉末とカーボンナノチューブの重量比は10:1～9:1の範囲が好ましい。

【選択図】 図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

酸化インジウム粉末とカーボンナノチューブの混合物を反応炉中で、減圧にした後、アルゴンガスを流しながら、 $1100 \pm 50^\circ\text{C}$ まで昇温し、次に、この温度に保持した状態で窒素ガスを流しながら1.5～2時間加熱することを特徴とする単結晶の窒化インジウムナノチューブの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、高温用電子デバイス、可視-近紫外線用オプトエレクトロニクスデバイスへの応用に有用な単結晶窒化インジウムナノチューブの製造方法に関する。 10

## 【背景技術】

## 【0002】

広いバンドギャップエネルギーを有するIII-N族に属する(Al, Ga, In)N半導体のうち、窒化インジウムは光学特性や高電子移動度のため、電界効果型トランジスター、ナノスケール電子デバイス、オプトエレクトロニクスデバイスへ応用した場合、ガリウム砒素や窒化ガリウムよりも特性が優れている(例えば、非特許文献1)。

## 【0003】

しかし、窒化インジウムは分解温度が低いため、結晶性のナノ構造物を合成することが難しかった。そのため、窒化インジウムナノワイヤーの合成法が知られているだけであった(例えば、非特許文献2)。また、チューブ状ナノ構造物や結晶性構造物の方がナノワイヤーや非晶質構造物よりも特性が優れていると言われている。現在まで、単結晶の窒化インジウムナノチューブの製造方法は、まだ確立されていない状況にある。 20

## 【0004】

【非特許文献1】Tansley, 他、ジャーナル・オブ・アプライド・フィジックス(J. Appl. Phys.)59巻、3241頁、1986年

【非特許文献2】Dingman, 他、アングewanテ・ヘミー・インターナショナル・エディション(Angew. Chem. Int. Ed.)39巻、1470頁、2000年

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】 30

## 【0005】

本発明は、上記の状況に鑑みてなされたもので、高温用電子デバイス、可視-近紫外線用オプトエレクトロニクスデバイスへの応用に際して有用な単結晶の窒化インジウムナノチューブの製造方法を提供することを解決すべき課題としている。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0006】

酸化インジウム粉末とカーボンナノチューブの混合物をアルミナボートに入れ、このアルミナボートを反応炉の中央部に設置する。炉を減圧にした後、アルゴンガスを流しながら、 $1100 \pm 50^\circ\text{C}$ に加熱し、この状態に約30分維持した後、窒素ガスを流しながら、同じく $1100 \pm 50^\circ\text{C}$ で1.5～2時間加熱する。この加熱中に反応炉の温度が約 $600^\circ\text{C}$ であった部分に 40  
暗灰色の生成物が堆積する。

## 【発明の効果】

## 【0007】

本発明の方法を用いることにより、電子デバイスやオプトエレクトロニクス用として有用な単結晶の窒化インジウムナノチューブが製造可能となった。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0008】

酸化インジウム粉末とカーボンナノチューブの混合物をアルミナボートに入れ、このアルミナボートを反応炉の中央部に設置する。反応炉としては横型石英管状炉などを用いる。このとき、酸化インジウム粉末とカーボンナノチューブの重量比は10:1～9:1の範囲が 50

好ましい。この範囲よりも酸化インジウムの重量が多いとカーボンナノチューブの不足のため、カーボンナノチューブは完全に消費され尽くして、過剰の酸化インジウムがカーボンナノチューブと反応できないので、チューブ状ではなく、ナノワイヤーやナノ粒子が生成してしまう。この範囲よりも酸化インジウムの重量が少ない場合は、生成物中に炭素の不純物が混入する。

#### 【0009】

反応炉を減圧した後、アルゴンガスを80~150sccmの流量で流す。流量が150sccmよりも多いと反応性の蒸気が逸散してしまう。80sccmよりも流量が少ないと不活性な雰囲気は保てないので酸素による不純物が生成物中に混入する。この状態で反応炉内のアルミナボートを1100±50℃に加熱し、約30分間維持する。

10

#### 【0010】

この後、窒素ガスを80~200sccmの流量で流しながら、上記と同様に、1100±50℃に1.5~2時間加熱する。窒素ガスの流量は200sccmで十分反応するので、これ以上の流量にする必要はない。80sccmよりも少ないと窒化インジウムを生成させる量としては十分ではない。

#### 【0011】

加熱温度は1100±50℃が好ましく、これよりも高いと窒化インジウムナノチューブが得られない。また、この温度よりも低いと収量が低下する。加熱時間は1.5~2時間が好ましく、2時間で反応が完結するので、これ以上の時間をかける必要はない。1.5時間未満では窒化インジウムナノチューブの成長が完結しない。

20

#### 【0012】

上記の操作により、加熱中に、反応炉、例えば横型石英管状炉の約600℃になっていた部分に暗灰色の生成物が堆積する。この生成物を分析することにより、ウルツ鉱型六方晶系の窒化インジウムナノチューブであることが確認できる。

#### 【実施例1】

#### 【0013】

次に、実施例を示して、さらに具体的に説明する。和光純薬工業（株）製の酸化インジウム粉末（純度99.9%）3gとC.C.Tang、他の著者によるカーボン(Carbon)40巻、2497頁、2002年に記載の方法で製造したカーボンナノチューブ0.3gの混合物をアルミナボートに入れ、このボートを横型石英管状炉の中央部に配置した。

30

#### 【0014】

この反応系を減圧にした後、アルゴンガスを100sccmの流量で流しながら、1100℃に温度を上昇させた。1100℃に30分保持した後、窒素ガスを100sccmの流量で流しながら、1100℃に1.5時間加熱した。横型石英管状炉の600℃に維持されていた部分に暗灰色の線状の生成物が0.3g堆積した。

#### 【0015】

図1に、生成物のX線回折のパターンを示した。格子定数 $a=0.354\text{nm}$ 、 $c=0.571\text{nm}$ を有する六方晶系ウルツ鉱型窒化インジウムであることが確認された。

#### 【0016】

図2に、生成物の低倍率透過型電子顕微鏡像の写真を示したが、数十マイクロメートルの長さで500~600ナノメートルの直径を有するチューブ状構造であることが分かる。また、チューブの内径は150~250ナノメートルで壁の厚さは100~200ナノメートルであることが分かった。

40

#### 【0017】

図3に、生成物のX線エネルギー拡散スペクトルを示したが、その化学組成はインジウムと窒素からなり、その比は化学量論組成に近いことが分かった。ここで、銅のシグナルは試料を取り付ける際に用いた銅グリッドに由来するものである。

#### 【0018】

図4に、励起光源としてHe-Cdレーザー（励起波長325nm）を用いて室温で測定したフォトルミネッセンスの結果を示した。この結果から、約652nmに強い幅広の発光バンドを有

50

することが分かった。

【産業上の利用可能性】

【0019】

III-N族半導体である単結晶窒化インジウムナノチューブが製造可能となったので、マイクロエレクトロニクス、オプトエレクトロニクス分野への応用が期待される。

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図1】 窒化インジウムナノチューブのX線回折のパターンの図である。

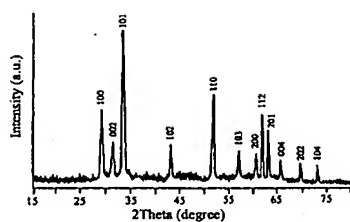
【図2】 窒化インジウムナノチューブの低倍率透過型電子顕微鏡像の図面代用写真である。

10

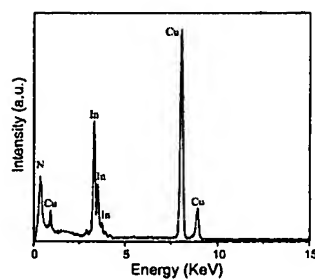
【図3】 窒化インジウムナノチューブのX線エネルギー拡散スペクトルの図である。

【図4】 窒化インジウムナノチューブのフォトルミネッセンスのスペクトルである。

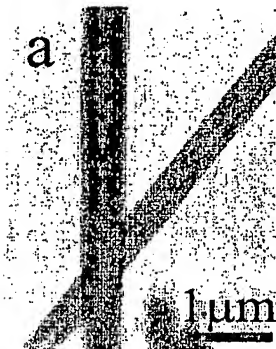
【図1】



【図3】



【図2】



【図4】

